

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11012949 A**(43) Date of publication of application: **19.01.99**

(51) Int. Cl.

**D06M 15/643****D02G 3/32****D06M 13/165**// **D01F 6/86****D06M101:32**(21) Application number: **09183183**(22) Date of filing: **23.06.97**(71) Applicant: **NIPPON ESTER CO LTD**(72) Inventor: **ITO MAKOTO  
MORISHITA YOSHINORI****(54) PRODUCTION OF POLYETHER ESTER-BASED  
ELASTIC YARN**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing the subject elastic yarn, seldom causing troubles due to yarn breakage and/or cob-webbing during the yarn's winding and/or post-processing, and also capable of giving high-quality knitted fabrics from the yarn because of slight tension unevenness during the yarn's unreeling stage.

**SOLUTION:** When this polyester ether-based elastic yarn is produced, an elastic yarn resulted from a spinning process is imparted with 2.0-5.0 wt.%, based on the filament yarn, of a lubricant containing 60-90 wt.%, on a predilution basis, of a polydimethylsiloxane and 40-10

wt.% of a nonionic surfactant and diluted so as to be  $\leq$  2.0 cp in the viscosity in its pickup, and the resultant elastic yarn is wound into cheeses. Subsequently, each of the cheeses is heat-treated at a temperature of (Tm-100) to (Tm-50)°C (Tm is the melting point °C of the elastic yarn) for  $\cong$  30 min.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-12949

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月19日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

D 0 6 M 15/643

D 0 6 M 15/643

D 0 2 G 3/32

D 0 2 G 3/32

D 0 6 M 13/165

D 0 1 F 6/86

3 0 1 E

// D 0 1 F 6/86

3 0 1

D 0 6 M 13/18

D 0 6 M 101:32

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平9-183183

(22) 出願日

平成9年(1997) 6月23日

(71) 出願人 000228073

日本エステル株式会社

愛知県岡崎市日名北町4番地1

(72) 発明者 伊藤 誠

愛知県豊田市平戸橋町馬場瀬39-9

(72) 発明者 森下 美紀

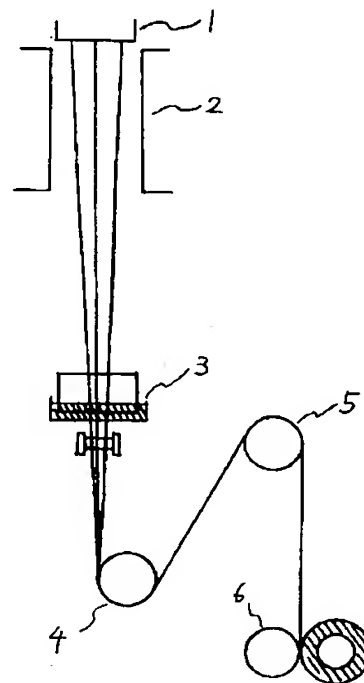
愛知県岡崎市日名北町4-1

(54) 【発明の名称】 ポリエーテルエステル系弾性系の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 捲取り時や後加工時の糸切れや綾落等によるトラブルが少なく、しかも解舒時の張力斑が少ないので、製編織して得られる製品の品位が優れたものとなるポリエーテルエステル系弾性系の製造方法を提供する。

【解決手段】 ポリエーテルエステル系弾性系を製造するに際し、紡出された弾性系に、水で希釈する前の濃度でポリジメチルシロキサンを60～90重量%、ノニオン系界面活性剤を40～10重量%含み、かつ付着時の粘度が2.0cp以下となるように希釈した油剤を、糸条に対して油剤分で2.0～5.0重量%付着させてチーズに捲き取る。次いで、捲き取りチーズごと、(Tm-100)℃～(Tm-50)℃〔Tmは弾性系の融点(℃)を表す。〕の温度で30分以上熱処理する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリエーテルエステル系弾性系を製造するに際し、紡出された弾性系に、水で希釈する前の濃度でポリジメチルシロキサンを60～90重量%、ノニオン系界面活性剤を40～10重量%含み、かつ付着時の粘度が2.0cp以下となるように希釈した油剤を、糸条に対して油剤分で2.0～5.0重量%付着させてチーズに巻き取った後、巻き取りチーズごと、(T<sub>m</sub>-100)℃～(T<sub>m</sub>-50)℃〔T<sub>m</sub>は弾性系の融点(℃)を表す。〕の温度で30分以上熱処理することを特徴とするポリエーテルエステル系弾性系の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はポリエーテルエステル系弾性系の製造方法に関するものであり、さらに詳しくは、多条紡糸しても物性差が小さく、かつ、捲取りや後加工する際の解舒時に綾落ちや糸切れの少ないポリエーテルエステル系弾性系の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】ポリウレタン、ポリエーテルエステル等の弾性系は、後加工時の糸切れや綾落ち等のトラブルを少なくするために、油剤付着量を多くしたり、糸の断面形状を特殊なものにしたりする対策をとっている。一方、弾性系の捲取方法の改良法としては、例えば特開平6-316373号公報に、外層部に通常糸層の70～95%の捲幅部分を設けることによって解舒時や梱包、開梱時の綾落ちをなくす方法が開示されている。また、特開平3-288769号公報には、最外層部の綾角を調整して解舒性を良好にする方法が開示されている。

【0003】しかしながら、断面形状を丸断面以外のものにするには、紡糸ノズルを特殊なものにする必要があり、設備面でコストがかかり、かつ、得られる糸の後加工性が劣ったり、編物等にした場合、品位の劣るものとなる。また、捲取り中に捲形態を変化させる方法は、捲取り条件を途中で変化させるため糸の物性が微妙に変化するという問題があり、また、銘柄が変わったり、捲量を変えた場合等には、捲取り条件を変化させる必要がある。

【0004】上記問題を解決するため、本発明者らは特開平8-209459号公報や特願平8-127798号において、低張力でチーズ状に捲取った糸を熱処理する方法や、紡糸時の捲取り条件を特定の方法にすることにより紡糸性、捲姿、後加工性を改良する方法を提案した。これらの方法よれば、解舒時の綾落ちや後加工時の糸切れをある程度防ぐことができるが、解舒時の張力斑が大きかったり、内層での糸切れが大きくなるという欠点がある。このため、カバリング用やトリコット用及び丸編用に供すると、操作性が劣ったり、得られる製品の品位が劣るという問題があった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記した問題を解決し、捲取りや後加工時の糸切れや綾落ち等によるトラブルが少なく、しかも解舒時の張力斑が少ないので、製編織して得られる製品の品位が優れたものとなるポリエーテルエステル系弾性系の製造方法を提供することを技術的な課題とするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、次の知見を得た。すなわち、ポリエーテルエステル系弾性系は、捲取り時、極低張力で巻き取る必要があり、これを実現させるためには紡糸油剤として低粘性のものを選択する必要がある。また、弾性系は、トリコット用、カバリング用及び丸編用とも、通常2倍程度に伸長しながら解舒されるのでチーズ表面に張力がかかり、糸が端面に來ると綾落ちが発生したりし、糸切れの原因となるため、解舒時の糸と糸の摩擦係数を高くする必要がある。さらに、ポリエーテルエステル系弾性系は、熱処理することによって弾性回復特性が向上することが明らかとなったが、熱処理による糸同志の膠着が小さい油剤を用いる必要がある。本発明者らは、これらの知見を組み合わせることで本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明は、ポリエーテルエステル系弾性系を製造するに際し、紡出された弾性系に、水で希釈する前の濃度でポリジメチルシロキサンを60～90重量%、ノニオン系界面活性剤を40～10重量%含み、かつ付着時の粘度が2.0cp以下となるように希釈した油剤を、糸条に対して油剤分で2.0～5.0重量%付着させてチーズに巻き取った後、巻き取りチーズごと、(T<sub>m</sub>-100)℃～(T<sub>m</sub>-50)℃〔T<sub>m</sub>は弾性系の融点(℃)を表す。〕の温度で30分以上熱処理することを特徴とするポリエーテルエステル系弾性系の製造方法を要旨とするものである。

## 【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。

【0009】まず、本発明に用いるポリエーテルエステル系弾性系では、ハードセグメントとしてポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等の結晶性を有するポリアルキレンテレフタレート、ソフトセグメントとして、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール等のポリアルキレングリコールの共重合物が用いられる。強伸度特性や弾性回復特性を調整するためには、化合物の種類やハードセグメントとソフトセグメントの共重合比を変化させればよい。

【0010】例えば、ハードセグメントとしてポリブチレンテレフタレート、ソフトセグメントとしてポリテトラメチレングリコールを用いる場合、共重合比は6/4～4/6が好ましく用いられ、ポリブチレンテレフタレ

ートの量が多いと回復性が劣るようになり、逆にポリテトラメチレングリコールの量が多いと強伸度特性が劣ったり、融点が低くなりやすい。また、ポリテトラメチレングリコールの分子量は、概ね 800~2500のものが好ましく用いられる。本発明者らの研究によれば、ポリテトラメチレングリコールは分子量が 800~2500の範囲のものが優れており、この範囲を外れると、回復特性が低下しやすい。また、ポリテトラメチレングリコールの分子量が大きくなりすぎると強伸度特性が低下しやすい。なお、耐光剤や酸化防止剤等を目的に合わせて添加してもよい。

【0011】次に、紡糸方法であるが、ポリマーを乾燥した後、熔融紡糸法によって製造する。また、捲取り速度については、任意に設定できるが、本発明は、300m/分以上の高速紡糸に特に有効であり、その理由は次のとおりである。まず、低速紡糸の場合、糸の収縮力の緩和が進みやすく、さらにガイド等による抵抗が小さいため、紡糸油剤の種類や付着時の粘性等の影響が少なく、容易に製造できるので、特に本発明を用いる必要もない。しかし、300m/分以上の高速紡糸の場合、収縮力が大きく、さらにガイド等による抵抗が大きいため、捲取り張力が高くなり、捲取り時に綾落ちが発生したり、捲き姿が悪くなったりする問題が発生しやすく、紡糸油剤の種類や付着時の粘性、さらには後加工性を良好にするための熱処理方法等が重要となってくるのである。

【0012】次に、本発明の最も重要な要素である紡糸油剤について説明する。本発明で用いる油剤は、水で希釈する前の濃度でポリジメチルシロキサンを60~90重量%、好ましくは80~90重量%、ノニオン系界面活性剤を40~10重量%、好ましくは20~10重量%含有する必要がある。ポリジメチルシロキサンが60重量%未満になると平滑性が劣り、捲取り時、抵抗が大きくなり、綾落ちや物性斑が発生したり、さらには、後加工時に解舒斑や糸切れが発生するので好ましくない。逆に90重量%を超えると滑りやすくなり、後加工での解舒時に綾落ちが発生したり、チーズ最内層で糸と糸の膠着が発生し、解舒不良による糸切れが発生するようになる。なお、ポリジメチルシロキサンの粘性は、特に限定されるものではないが、概ね、5~15cp程度が好ましい。

【0013】また、ノニオン系界面活性剤が10重量%未満になると糸同志が滑りやすくなり、後加工で解舒する際に表層で綾落ち等のトラブルが生じる。逆に40重量%を超えると平滑性が劣るようになり、捲取り時に綾落ちが発生したり、ガイド等との抵抗が大きいため、糸が伸長され、物性斑が起こりやすくなったり、後加工時に糸切れ発生の原因となる。ノニオン系界面活性剤の種類としては、例えばポリオキシエチレンのアルキルエーテルを代表とするエーテル系界面活性剤、アルキルアルキレートを代表とするエステル系界面活性剤が好ましく用いられる。

【0014】次に、糸に付着する時の油剤エマルジョン液の粘度であるが、2.0cp 以下、好ましくは1.5cp 以下にする必要がある。粘度が2.0cp を超えると捲取り時の抵抗が大きくなり、捲取り時に綾落ちが多発したり、得られる弾性糸の物性斑が大きくなる。油剤のエマルジョン液の粘度は、水での希釈倍率を大きくしたり、エマルジョン液の温度を変化させることにより調整することができる。

【0015】さらに弾性糸に付着させる油剤の量は、糸に対し、油剤分で 2.0~ 5.0重量%、好ましくは2.5 ~ 4.0重量%にする必要がある。付着量が 2.0重量%未満になると平滑性が劣り、捲き姿が悪くなったり、チーズ内層での糸同士の膠着が激しくなり解舒不良等のトラブルが発生する。逆に 5.0重量%を超えると熱処理の効果が少なくなり、解舒時に表層綾落ち等のトラブルが発生したり、付着時に過剰の油剤が飛散して作業環境が悪くなる。

【0016】図1は、本発明の一実施態様の捲取りまでの工程を示す概略工程図である。図1において、ポリエーテルエステル系のポリマーをノズル1から紡糸し、紡出糸を冷却筒2で冷却した後、油剤付与装置3で油剤を付着させ、第1ゴデットローラ4と第2ゴデットローラ5を介してワインダー6でチーズ状のパッケージとして捲取る。

【0017】本発明では、弾性糸を捲取ったチーズを熱処理するが、チーズを (Tm-100)℃~ (Tm-50)℃、好ましくは (Tm- 90)℃~ (Tm-55)℃の温度で30分以上、好ましくは60分以上熱処理する必要がある。熱処理温度が (Tm-100)℃未満であると、性能アップ、解舒時の綾落ち防止の効果がなく、逆に (Tm-50)℃を超えると糸と糸が膠着し、解舒時の糸切れや解舒不良による張力斑が発生し、得られた布帛の品位が劣るようになる。また、熱処理時間は30分以上が必要であり、熱処理時間が30分未満では、多量に捲いたチーズの場合(概ね、捲き厚が10mm以上の場合)、表層と内層の熱処理に差が現れ、物性差となるので好ましくない。なお、用いる熱処理装置は、通常用いられる熱風循環乾燥機等が適している。以上述べたように、本発明は、ポリエーテルエステル系弾性糸を製造する際の紡糸油剤、付着時の粘性、熱処理条件を特定の条件に規制することにより、紡糸性、後加工性の優れた弾性糸を得ることができるものがある。

#### 【0018】

【作用】前述したように、ポリエーテルエステル系弾性糸はハードセグメントとソフトセグメントからなっているが、熱処理することによりハードセグメントの結晶構造がより強固なものとなり、強伸度特性、弾性回復特性が優れたものとなる。

【0019】しかし、熱処理時間が短いと熱処理が十分に行われず、前記特性を十分に引き出すことができない

ため、チーズのまま長時間熱処理する必要がある。この時、同時に糸の収縮によって捲き締りが起こって、糸と糸の接触部でわずかに膠着が発生し、後加工で解舒する際、綾落ちの発生を防ぐことができるのである。

【0020】しかし、膠着しすぎると、解舒不良により後加工時に糸切れが発生する。また、膠着が小さい場合、後加工で解舒する際、綾落ちが発生し、糸切れとなる。本発明は、弾性糸を捲取るに際し、紡糸油剤の種類や付着時の粘性、さらには油剤の付着量を特定の条件に設定し、さらに特定の熱処理条件を採用することにより、優れた物性と後加工性を有するポリエーテルエステル系弾性糸を得ることができるのである。

#### 【0021】

【実施例】次に、本発明を実施例により具体的に説明する。

【0022】なお、例中の特性値は下記のように測定した。

#### (1) 極限粘度〔 $\eta$ 〕

フェノール／四塩化エタン等重量混合溶媒を用い、温度20℃で測定した。

#### (2) 繊度（デニール）

周長 1.125mの検尺機にて80回巻き、30分間放置した後、1/300(g/d)の荷重をかけて長さを測定した後、重量を測定して、繊度に換算した。

#### (3) 捲き姿

熱処理後のチーズ状パッケージについて、耳高、綾落ちの状態を観察し、次の3段階で評価した。

◎：良好 ○：ほぼ良好 ×：不良

#### (4) 解舒性

図2に示した解舒装置を用い、供給ローラ7と延伸ローラ8の間で2倍に延伸しつつ、捲取機9で捲き取った。なお、供給ローラ7の速度は45m/分とし、1チーズ30時間で解舒するようにした。糸切れが発生したときは再度糸掛けし、10時間毎の糸切れ回数で現した。各々5回測定し、その平均値で表した。

#### (5) 綾落ち回数

上記した解舒性の評価時に発生した綾落ち回数を各々5回測定し、その平均値で表した。

#### (6) 融点

パーキンエルマー社製示差走査型熱量計 DSC-7型を用い、昇温速度20℃/分で測定した。

#### (7) 油剤付着量〔OPU(%)〕

糸条2gを採取し、エタノールで油剤を抽出し、エタノールを蒸発乾固させて重量Wgを測定し、次式によって算出した。

$$\text{OPU}(\%) = (W/2) \times 100$$

#### (8) 粘度

リオン社製ビスコテスターにて、付着時の温度と同温度で測定した。

#### 【0023】実施例1～5、比較例1～3

エステル化反応器にテレフタル酸ジメチル19.4kg、1,4ブタンジオール9kgを仕込み、テトラブチルチタネート10gを触媒として加え、常圧下、210℃で2時間30分エステル交換反応を行った。得られた反応物を重合缶に移送し、ポリテトラメチレングリコール（平均分子量2,000）33kgと酸化防止剤（チバガイギー製イルガノックス1010）50gを添加し、次いで250℃の温度で3時間、1トル以下の減圧下で4時間重縮合反応を行った。得られたポリマーの極限粘度〔 $\eta$ 〕は2.25、融点は180℃であった。このポリマーを用い、減圧乾燥後、図1に示した溶融紡糸機を用い、紡糸温度240℃、捲取速度500m/分で紡糸した。なお、ノズル1は直径が0.4mmの丸断面で12孔のものを用い、冷却筒2で冷却した後、表1に示した油剤を水で希釈し、表2に示した濃度及び粘度のエマルジョンとして油剤付与装置3で付着させ、第1ゴデットローラ4と第2ゴデットローラ5を介して12コップワインダー6でチーズ状のパッケージに捲取った。その際、チーズの捲量は450gとし、吐出量を調整して50デニールとなるようにした。また、油剤付着量は糸に対し3重量%になるようにオイリングローラの回転数を変えて調整した。

【0024】次いで、得られたチーズを、ヤマト製作所製 DK-63熱風乾燥機を用い、表2に示す条件で熱処理した。熱処理したチーズの捲き姿、解舒性及び解舒時の綾落ち回数を調べた結果を併せて表2に示す。

#### 【0025】

【表1】

成 分	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦
10cstポリオキシドリン	83	0	82	70	60	8	92
5cstポリオキシドリン	0	82	0	0	0	0	0
ノオン系界面活性剤 POB(3)オクリルエーテル	15	15	0	25	36	89	5
ノオン系界面活性剤 オクチルアルコール	0	0	15	0	0	0	0
他の調整剤	2	3	3	5	4	3	3

単位：重量%

【0026】

【表2】

		実 施 例					比 較 例		
		1	2	3	4	5	1	2	3
使用油剤		①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧
濃 度 %		13	16	13	10	8	10	15	20
粘 度 cp		1.2	1.4	1.3	1.2	1.4	1.3	1.4	2.6
熱処理温度 ℃		120	120	120	110	100	100	120	120
熱処理時間 分		100	100	100	100	100	100	100	100
捲き姿		◎	◎	◎	○	○	×	◎	×
糸切れ回数	0~10Hrs (表層)	0.3	0	0.7	0	0	0	2.7	0
	10~20Hrs (中層)	0	0	0	0	0.3	1.8	1.0	0
	20~30Hrs (内層)	0	0.3	0.7	0.7	0.7	3.7	0	0.3
綾落ち回数		0.3	0	0	0	0	4.4	5.3	6.7

【0027】表2から明らかなように、実施例1~5で得られた弾性糸は捲き姿が良好で、糸切れが少なく、さらに解舒時の綾落ちも少なかった。これに対し、比較例1は、使用した油剤のポリジメチルシロキサン成分が少なすぎるため捲取り時の抵抗が大きく、捲取り時に綾落ちや耳高が発生し、捲姿が悪く、さらに、解舒時の糸切れ、綾落ちも多数発生した。また、比較例2はポリジメチルシロキサンの量が多すぎるため、平滑性は良好で捲き姿も優れたものであったが、解舒時、表層での綾落ちが多発し、操作性が劣るものであった。さらに、比較

例3は、付着時の油剤の粘性が高すぎるため、捲取り時の綾落ちが多発し、さらに解舒時の綾落ちも多発した。

【0028】実施例6~9、比較例4~6

実施例1で得た未熱処理系のチーズを用い、表3に示す種々の条件で熱処理を施した。熱処理したチーズの解舒性及び解舒時の綾落ち回数を調べた結果も併せて表3に示す。

【0029】

【表3】

		実 施 例				比 較 例		
		6	7	8	9	4	5	6
熱処理温度 ℃		90	100	110	120	140	70	120
熱処理時間 分		150	120	105	60	90	180	20
糸切れ回数	0~10Hr (表層)	0	0.3	0	0.3	0	1.3	0.3
	10~20Hr (中層)	0	0	0	0	1.5	0	0
	20~30Hr (内層)	0	0	0	0	10.3	0.3	0
綾落ち回数		0.6	0.3	0	0	0	6.3	5.7

【0030】表3から明らかなように、実施例6~9で得られた弾性糸は、解舒時の糸切れが少なく、綾落ちの発生もほとんどないものであった。これに対し、比較例4は熱処理温度が高すぎるため、内層での糸切れが多発した。また、比較例5は熱処理温度が低いため、解舒時の綾落ちが多発した。さらに、比較例6は熱処理時間が短いため、熱処理の効果が少なく、解舒時、外層から内層まで平均して綾落ちが発生した。

【0031】実施例10~12、比較例7~8

オイリングローラの回転数を変え、油剤付着量を表4で

示したように変化させた以外は実施例1と同様の方法で弾性糸を捲き取り、110℃、120分の熱処理を施した。熱処理したチーズの解舒性及び解舒時の綾落ち回数を調べた結果を併せて表4に示す。

【0032】

【表4】

		実施例			比較例	
		10	11	12	7	8
OPU (%)		2.2	2.8	3.5	1.5	5.4
糸切れ回数	0~10hr (外層)	0	0	0	0	1.5
	10~20hr (中層)	0	0	0	0	0
	20~30hr (内層)	0.6	0	0	8.5	0
綾落ち回数		0	0.3	0.3	0	4.8

【0033】表4から明らかなように、実施例10~12で得られた弾性糸は、解舒時の糸切れや綾落ちが少いものであった。一方、比較例7は油剤付着量が少ないため、内層での糸切れが多発した。また、比較例8は油剤付着量が多いため、糸が滑りすぎ、表層で綾落ちが多発した。

【0034】

【発明の効果】本発明によれば、油剤、油剤粘度、油剤付着量、チーズの熱処理条件を適正化することにより、

捲取り時及び後加工時に糸切れや綾落等によるトラブルが少なく、しかも解舒時の張力斑が少ないので、製編織して得られる製品の品位が優れたものとなるポリエーテルエステル系弾性糸を得ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

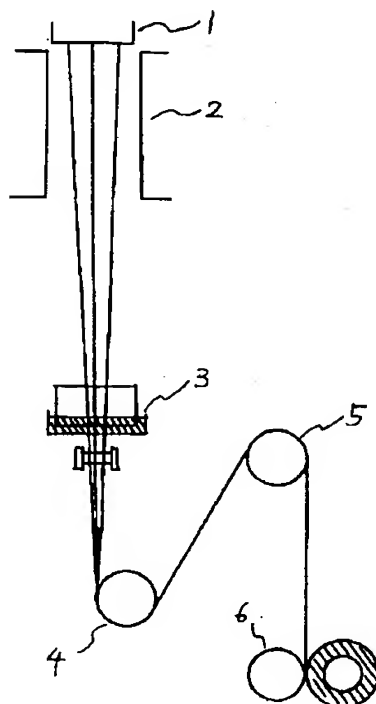
【図1】本発明の一実施態様の捲取りまでの工程を示す概略工程図である。

【図2】実施例における解舒性の評価に用いた解舒装置の概略図である。

【符号の説明】

- 1 ノズル
- 2 冷却筒
- 3 油剤付与装置
- 4 第1ゴデットローラ
- 5 第2ゴデットローラ
- 6 ワインダー
- 7 供給ローラ
- 8 延伸ローラ
- 9 捲取機

【図1】



【図2】

